

Impact Factor:

ISRA (India) = 4.971
ISI (Dubai, UAE) = 0.829
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
ПИИИ (Russia) = 0.126
ESJI (KZ) = 8.716
SJIF (Morocco) = 5.667

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

International Scientific Journal Theoretical & Applied Science

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2019 Issue: 12 Volume: 80

Published: 30.12.2019 <http://T-Science.org>

QR – Issue



QR – Article



Munisa Abdumavlonovna Yakubova

Tashkent Chemical-Technological Institute
Scientific Senior Lecturer to Department of
Technology Engineering., PhD, Uzbekistan

Rano Maxamadrazimovna Kambarbekova

Tashkent Chemical-Technological Institute
Scientific Senior Lecturer to Department of
Technology Engineering, assistant

Kozim Abidovich Axundjanov

Tashkent Chemical-Technological Institute
Scientific Senior Lecturer to Department of
Technology Engineering., PhD

Sobit Axmadovich Alimbaev

Tashkent Chemical-Technological Institute
Scientific Senior Lecturer to Department of
Technology Engineering, assistant

RESEARCH OF SORPTION PROPERTIES OF HYBRID ZIRCONIL-SILICA COMPOSITE SORPTION MATERIALS

Abstract: Research in the field of synthesis of selective monohybrid composite materials for use as sorption materials using sol-gel technology is currently very relevant and promising and attracts the attention of specialists.

Key words: nano hybrid materials, sol-gel, rheology, optics, film, membrane.

Language: Russian

Citation: Yakubova, M. A., Kambarbekova, R. M., Axundjanov, K. A., & Alimbaev, S. A. (2019). Research of sorption properties of hybrid zirconil-silica composite sorption materials. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 12 (80), 346-351.

Soi: <http://s-o-i.org/1.1/TAS-12-80-68> **Doi:**  <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2019.12.80.68>

Scopus ASCC: 1100.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ ГИБРИДНЫХ ЦИРКОНИЛАКРЕМНЕЗЕМНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ СОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Аннотация: Исследования в области синтеза селективных нано гибридных композиционных материалов для применение в качестве сорбционных материалов с использованием золь-гель технологии в настоящее время являются весьма актуальными и перспективными и привлекают внимание специалистов.

Ключевые слова: нано гибридные материалы, золь-гель, реология, оптика, пленка, мембрана.

Введение

Наногибридные материалы, получаемые золь-гель методом обладают хорошими термодинамическими, реологическими, оптическими и эксплуатационными свойствами,

что немаловажно при формировании из них различной продукции в химической, оптической (пленки, мембраны), нефтехимической, фармакологической, парфюмерной промышленности [1-5].

Impact Factor:

ISRA (India) = 4.971
ISI (Dubai, UAE) = 0.829
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 0.126
ESJI (KZ) = 8.716
SJIF (Morocco) = 5.667

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

Разработка гидролитически стабильных пористых сорбентов высокой эффективности является одной из важных проблем в современной жидкостной хроматографии. Необходимым условием, предъявляемым к хроматографическим сорбентам, является наличие достаточно жесткой матрицы, способной выдерживать высокие рабочие давления в колонке без ухудшения структурных характеристик. В большой степени это характерно силикагелям и пористым стеклам, которые являются наиболее признанными и широко применяемыми в высокоэффективной жидкостной хроматографии и высокоэффективной тонкослойной хроматографии [6].

Особый интерес представляют наногибридные полимер кремнезёмные материалы на основе тетраэтоксисилана (ТЭОС) или полиэтоксисилана (ПЭС) с хлорокисным циркон илом. Известны способы получения наногибридных композиционных материалов на основе хлорокисным цирконилом [7-9].

Основным достоинством силикагелей является то, что они не набухают и не сжимаются при любых условиях хроматографирования, а мягкость гидрофильного покрова позволяет варьировать в широких пределах удельной поверхностью, объемом пор и ковалентно связывать с фазами, содержащими различные функциональные группы.

Большинство сорбентов на основе силикагеля, выпускаемых промышленностью в настоящее время, имеют достаточно близкие характеристики: размер пор 6-12 нм, удельная поверхность 200-550 м²/г, объем пор 0,7-2,2 см³/г [10,11]. Преобладающей формой производимых силикагелей является сферичность, в отличие от частиц неправильной формы микросферы оксида кремния, которые имеют преимущества с точки зрения достижения более однородного и плотного заполнения хроматографической колонки [12].

Однако пористая структура силикагеля очень чувствительна к обработке водными растворами, особенно к щелочным растворам. Очень часто наблюдается наноконпозиционные полимер кремнезёмные материалы не устойчивы к воздействию буферным раствором при высоких значениях рН 9-10, что силикагель постепенно начинается разрушаться. К тому же часто возникает проблема, когда используется в качестве подвижной фазы буферные растворы с довольно высокими значениями рН. Гидролитическая устойчивость силикагелевых сорбентов, в этом случае не отвечает к требованиям поставляемым сорбентам.

Для решения этой проблемы была предпринята попытка получения гидролитически стабильного микросферического силикагеля на основе наногибридного полимеркремнезёмного

композиционного материала с включением в процессе синтеза хлорокисного цирконила.

Синтез гидролитически стабильных наногибридного полимеркремнезёмного материала проводили следующим образом. Для синтеза гидролитически стабильных сорбционных материалов, ТЭОС был заполнен в колбу и нагревали до 80⁰С. При постоянной температуре ТЕОС и хлорокисный цирконил медленно добавляли в колбу с ТЭОС при молнем соотношении ТЭОС: хлорокисный цирконил (4:1). Реакционную смесь продолжали перемешивать при 80⁰С, до полностью реакции этерификации. Реакция считалась законченной, тогда, когда этанол израсходовался полностью.

В настоящее время поиск путей получения и исследования свойств композиционных сорбентов для хроматографии, широко используемых в научных исследованиях и для решения многих практических задач, является актуальной и важной проблемой. Полимеризация на поверхности дисперсных наполнителей способствует повышению их однородности путем заполнения открытых пор и трещин полимеризующимся мономером, а также улучшению их гидрофобности [13].

В последние годы выявлено, что с помощью такого рода процессов проводят модификацию поверхностных свойств различных материалов: ионообменных мембран, наполнителей полимерных материалов, хроматографических сорбентов и т.п., получения композиционных материалов методом полимеризационного наполнения. Также эти процессы могут быть использованы для получения защитных полимерных покрытий и капсулирования твердых тел [14-16].

Сорбенты с нитрильными группами составляют около половины наименований, производящихся за рубежом средне полярных сорбентов [17]. Одним из основных среди них является цианопропилсилилированный силикагель, который получают в жестких высокотемпературных условиях многостадийным путем, включающим очистку промышленного силикагеля от примесей соединений металлов, затем основную модификацию цианпропилсиланом и последующую дополнительную – триметилхлорсиланом, для связывания остаточных силанольных групп. Кроме того, вследствие того, что поверхность силикагеля обычно покрыта полимолекулярным слоем адсорбированной воды, которая почти всегда препятствует силанизации, стандартная процедура до модификации состоит в удалении адсорбированной воды [18-21]. Хорошей альтернативой этому является сорбент, полученный нанесением хлорокисным цирконилом на пористый силикагель, который

Impact Factor:

ISRA (India) = 4.971
ISI (Dubai, UAE) = 0.829
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 0.126
ESJI (KZ) = 8.716
SJIF (Morocco) = 5.667

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

оказался даже более селективным для разделения поли ароматических углеводородов. Интерес к разработке полимер-кремнеземных сорбентов, содержащих нитрильные группы, связан с возможностью использования в качестве одного из исходных компонентов хлорокисным цирконием, а также использование золь-гель процесса, позволяющего получать кремнеземную матрицу в мягких условиях. Химическими стадиями золь-гель процесса являются одновременно протекающие гидролиз и конденсация тетраэтоксисилана, приводящие к образованию олигомера полиэтоксисилоксана в растворе (золь) и последующее формирование трехмерной сетки, представляющей собой «гель».

Так как большой интерес представляет структура нано гибридного композиционного материала для сорбционных материалов нами было исследована рентгенографические, и сорбционные свойства.

Экспериментальная часть и постановка задачи.

Рентгенографическими исследованиями установлено, что при введении модифицирующего мономера при соотношении хлорокисный цирконил:пористый микросферический силикагель=1:5, образующиеся макромолекул проявляются на дифрактограмме небольшим пиком в области $2\theta=170$ вместо довольно интенсивного

максимума (рис.1.), характерного для самого циркониила, что показывает наличие водородных связей между пористого микросферического силикагеля и хлорокисного циркониила. По-видимому, в хлорокисный цирконил-кремнеземном сорбенте происходит подавление кристалличности в результате взаимодействия хлорокисного циркониила с поверхностными силанольными группами частиц пористого микросферического силикагеля.

Свидетельством аморфной структуры полимер-кремнеземного сорбента является размытость контуров поглощения ИК спектров образцов исходного пористого микросферического силикагеля и полученных модификацией хлорокисным циркониилом.

Исследована сорбционные характериститки гидролитически стабильных сорбционных материалов таких как КСК-2,5; лихосорб цирконилкремнеземный сорбент. Сорбционные измерение проводились на вакуумных весах Мак-Бена с кварцевой пружиной в интервале от 0-100% относительной влажности при 25°C .

На основании полученных данных по уравнению БЭТ оценивали удельную поверхность ($S_{уд}$), объем пор (V_0) и средний радиус пор (r_n). Результаты исследования сорбционной способности и оценка сорбционных характеристик полученных сорбентов представлены в таблице 1.

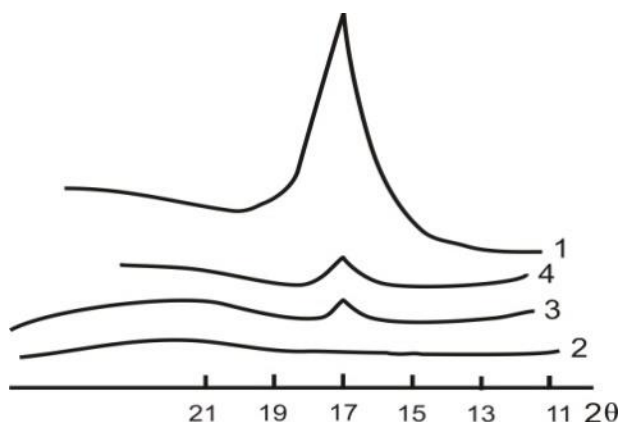


Рис. 1. Дифрактограммы образцов сорбентов: 1-исходный хлор окисный цирконий; 2-исходный пористый микросферический силикагель; 3-цирконил-кремнеземный сорбент (при; 4- механическая смесь цирконий-кремнеземного сорбента (при хлор окисный цирконий: пористый микросферический силикагель - 1:5).

Impact Factor:

ISRA (India) = 4.971	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	РИИЦ (Russia) = 0.126	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 8.716	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 5.667	OAJI (USA) = 0.350

Таблица 1. Сорбционные характеристики образцов сорбентов

Образец характеристики	КСК-2,5	Лихросорб	пористый микросферический силикагель	ТЕОС: хлорокисный цирконил 20%	ТЕОС: хлорокисный цирконил 10%
$X_m, \text{г/г}$	0,0179	0,0120	0,0211	0,0261	0,0285
$S_{уд}, \text{м}^2/\text{г}$	62,892	4,077	70,190	64,525	70,026
$V_0, \text{см}^3/\text{г}$	0,238	0,181	0,246	0,277	0,234
$R_n, \text{А}^0$	76	86	66	71,5	70,6

Сравнение данных по сорбции паров воды для пористого микросферического силикагеля и хлор окисный цирконий образцов пористый микросферический силикагель показывает, что у

гибридных сорбентов значение сорбции паров воды уменьшается с увеличением содержания хлор окисного цирконах. (Рис.2).

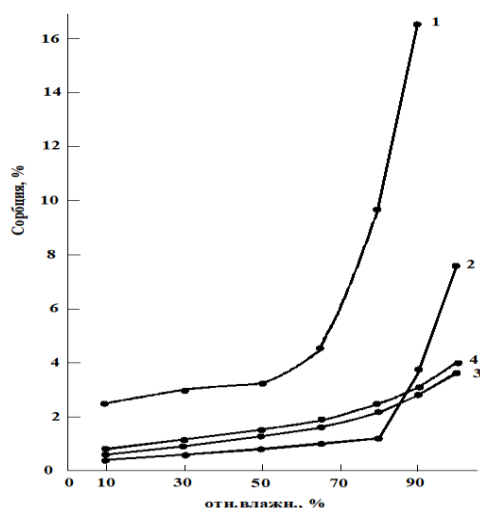


Рис. 2. Сорбция паров воды образцами сорбентов 1 - пористый микросферический силикагель, 2 - пористый микросферический силикагель, содержащий 2% хлор окисный цирконил, 3 - пористый микросферический силикагель, содержащий 10% цирконил, 4 – хлор окисный цирконил.

При 10 %-ном содержании последнего сорбционная способность при 65% относительной влажности становится сопоставимой с сорбционной способностью, наблюдаемой для чистого микросферического силикагеля (1,7%).

Для сравнения свойств исходного пористый микросферический силикагель были испытаны

также выпускаемые за рубежом силикагели: КСК-2,5 (Россия) и Лихросорб (Мерк, Германия). Результаты исследования свидетельствуют о том, что с добавлением хлорокисного цирконила сорбционные способности и близок к сравнимым КСК-2,5 (рис. 3).

Impact Factor:

ISRA (India) = 4.971	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	ПИИЦ (Russia) = 0.126	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 8.716	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 5.667	OAJI (USA) = 0.350

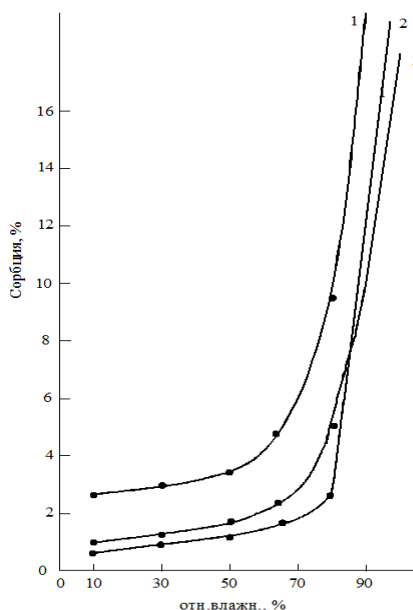


Рис. 3. Сравнение сорбции паров воды различными образцами сорбентов. 1 - пористый микросферический силикагель, 2 - КСК-2,5, 3 - Лихросорб.

Полученные данные по сорбции паров воды дают возможность полагать, что содержание адсорбированной влаги может в значительной мере характеризовать надмолекулярную структуру сорбента и зависит не только от химической природы полимера, но и от надмолекулярной структуры, в частности, от различий в капиллярно пористом строении сорбентов.

Выводы.

Таким образом применение в качестве сорбентов цирконий содержащих полимер кремнезёмных сорбционных материалов является наиболее эффективными, так как подобные сорбенты гидролитический стабильные и даёт возможность их применение в высокоэффективной жидкостной и тонкослойной хроматографии.

References:

1. Ciriminna, R. (2013). *The sol-gel route to advanced silica-based materials and recent applications*. M. Chem. Rev./ A. Fidalgo, V. V. Pandarus, F. S. Bland. (p29). Moscow: MGALP.
2. Chen, Q. R. (2010). Adsorption and interaction of organosilanes on TiO₂ nanoparticles. *Appl. Sur. Sci.*, 257 (5) / N. L. Yakovlev. (p7). Peking: PGFP.
3. Kostileva, V. V. (1999). *Analysis structures corrective devices shoes*. Textbook for students of 28.11 and 28.12./ V. V. Kostyleva, Y. S. Kostyuhova. (p.38). Moscow: MGALP
4. Gazaliyeva, A.M. (2008). *Disability and complex rehabilitation of children with Cerebral Palsy*: dis. cand. honey. Sciences: 14.00.52. (p.264). Moscow.
5. Keda, P. E., Kiselev S., & Kiseleva, M. V. (2010). *Removable insoles for children's orthopedic shoes*. // RF Patent №1 588372 class A43, B 17/00.
6. Kiselev, S. Y., & Kiseleva, M. V. (2012). *the whole D. V. Cherkezov V.A. Design Pediatric Preventive footwear* // RF patent №2545552 class A43, B 17/00.
7. Klyuchnikova, V. M., Dovnich, I. I., Kaliagin, A. M., & Fukin, V. A. (1999). *Ankle node orthopedic shoes* // RF Patent number 2160571 Class A61F2 / 66.
8. Kostileva, V. V. (2009). *Analysis structures corrective devices shoes*. Textbook for students of 21.10 and 17.11./ V. V. Kostyleva, Y. S. Kostyuhova. (p.40). Moscow: MGALP.
9. (2010). GOST R 53800-2010 "orthopedic shoepads. Are common specifications". (p.8). Moscow: Standartinform.

Impact Factor:	ISRA (India) = 4.971	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
	ISI (Dubai, UAE) = 0.829	PIHHI (Russia) = 0.126	PIF (India) = 1.940
	GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 8.716	IBI (India) = 4.260
	JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 5.667	OAJI (USA) = 0.350

10. (2011). GOST 54739-2011 Products orthopedic shoe. General specifications. (p.18). Moscow: Standartinform.
11. (2006). GOST P 51079-2006 (instead GOST 51079-97) (ISO 9999: 2002) Technical means of rehabilitation of people with disabilities. Classification. (p.119). Moscow: Standartinform.
12. (2011). GOST P 54407-2011 Orthopedic footwear. General specifications. (p.18). Moscow: Standartinform.
13. (2013). GOST R 55638-2013 Services for the production of orthopedic footwear. Safety requirements. (p.9). Moscow: Standartinform.
14. (2017). GOST 57761 -2017 Orthopedic footwear. Terms and definitions. (p.15). Moscow: Standartinform.
15. Kostileva, V. V. (1999). *Analysis structures corrective devices shoes*. Textbook for students of 28.11 and 28.12./ V. V. Kostyleva, Y. S. Kostyuhova. (p.38). Moscow: MGALP.
16. (2016). Modeling of the design, construction and quality control of orthopedic shoes for children and adults. (p.94). Moscow: INFRA -M.
17. Kostyleva, V. V. (2016). Development of design of footwear in terms of orthopedic status monograph. (p.159). Moscow: MSUDT.